

jp63314714/pn

L13 ANSWER 1 OF 1 JAPIO (C) 2004 JPO on STN

ACCESSION NUMBER: 1988-314714 JAPIO

TITLE: MANUFACTURE OF TRANSPARENT ELECTRICITY CONDUCTING FILM

INVENTOR: NISHIDA HIDEAKI; MOROI HIROSHI; HASEGAWA HIROSHI;

OKANO KAZUYUKI; ISOZAKI YASUTO

PATENT ASSIGNEE(S): MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

PATENT INFORMATION:

| PATENT NO         | KIND | DATE     | ERA   | MAIN IPC   |
|-------------------|------|----------|-------|------------|
| -----             |      |          |       |            |
| ***JP 63314714*** | A    | 19881222 | Showa | H01B013-00 |

APPLICATION INFORMATION

STN FORMAT: JP 1987-151912 19870618

ORIGINAL: JP62151912 Showa

PRIORITY APPLN. INFO.: JP 1987-151912 19870618

SOURCE: PATENT ABSTRACTS OF JAPAN (CD-ROM), Unexamined Applications, Vol. 1988

INT. PATENT CLASSIF.:

MAIN: H01B013-00

SECONDARY: C03C017-25

ABSTRACT:

PURPOSE: To easily obtain a transparent electricity conducting film having a resistance approximately equal to that of a transparent electricity conducting film made with physical means by irradiating ultraviolet rays on the transparent electricity conducting film finished with thermal decomposition and sintering in the air or under a condition of being shut off from the air for at least one minute, thereby reducing the resistance extremely.

CONSTITUTION: A transparent electricity conducting film is made by printing a glass plate with an ink made by solving indium 2-ethyl hexanonic acid added with 5mol% of tin 2-ethyl hexanonic acid into a petroleum-based solvent and baking them at 530deg;C. The film is then irradiated with ultraviolet rays from a high pressure mercury-vapor lamp, if necessary also from the reverse side of the glass. In this way, excess oxygen in the film is reduced and the resistance of the film is reduced down to the value the compound has by nature.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-314714

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

H 01 B 13/00  
C 03 C 17/25

識別記号

HCB

庁内整理番号

B-8222-5E  
Z-8017-4G

⑭ 公開 昭和63年(1988)12月22日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 透明導電膜の製造方法

⑯ 特 願 昭62-151912

⑰ 出 願 昭62(1987)6月18日

|         |            |                  |             |
|---------|------------|------------------|-------------|
| ⑱ 発 明 者 | 西 田 秀 明    | 大阪府門真市大字門真1006番地 | 松下電器産業株式会社内 |
| ⑲ 発 明 者 | 師 井 宏      | 大阪府門真市大字門真1006番地 | 松下電器産業株式会社内 |
| ⑲ 発 明 者 | 長 谷 川 洋    | 大阪府門真市大字門真1006番地 | 松下電器産業株式会社内 |
| ⑲ 発 明 者 | 岡 野 和 之    | 大阪府門真市大字門真1006番地 | 松下電器産業株式会社内 |
| ⑲ 発 明 者 | 磯 崎 康 人    | 大阪府門真市大字門真1006番地 | 松下電器産業株式会社内 |
| ⑳ 出 願 人 | 松下電器産業株式会社 | 大阪府門真市大字門真1006番地 |             |
| ㉑ 代 理 人 | 弁理士 中尾 敏男  | 外1名              |             |

明 細 書

1、発明の名称

透明導電膜の製造方法

2、特許請求の範囲

(1) 紫外線を発生するランプで少なくとも1分間以上光を照射して抵抗値の調節を行う透明導電膜の製造方法。

(2) 空気との接触を遮断した状態で、少なくとも1分間以上光を照射して抵抗値の調節を行う特許請求の範囲第1項に記載の透明導電膜の製造方法。

3、発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は各種表示デバイス用電極材料、発熱体、熱線反射材料などの目的に使用される透明導電膜の製造方法に関するものである。

従来の技術

従来より、透明導電膜は各種表示デバイス用電極、発熱体、熱線反射材料などの目的に使用されてきた。

従来のこれら透明導電膜は主として蒸着、スパッタ等の物理的手法により製造されてきたが、装置コストや生産性等の向上を目的として金属を含有した有機化合物の熱分解による製造方法の研究も広く行なわれている。

発明が解決しようとする問題点

しかしながら、金属を含有した有機化合物の熱分解による製造方法においては生成した透明導電膜の導電性が蒸着、スパッタ等の物理的手法のものに比して劣るものであった。

それ故に、本発明の目的は金属を含有した有機化合物の熱分解による製造方法における利点を維持しつつ、物理的手法により得られる透明導電膜により近い導電性を有する透明導電膜の製造方法を提供することである。

問題点を解決するための手段

本発明においては上記、金属を含有した有機化合物の熱分解による透明導電膜の製造方法における問題を解決するための手段として、熱分解、焼結の完了した透明導電膜に空气中で、または空気

との接触を遮断した状態で紫外線を発生するランプで光を照射して抵抗値の調節をすることを特徴とする。すなわち、上記照射により透明導電膜の抵抗値が製造直後よりも著しく低下し、物理的手法により製造されたものにより近い抵抗値の透明導電膜が得られる。

従来より、例えば特公昭60-19610号公報に記載されているごとく、金属含有有機化合物の熱分解の過程において、または熱分解の予備工程として紫外線により有機化合物の結合を切断して熱分解を補助しようとする考えはあり、かつ現在、主として使用されている酸化インジウムや酸化スズ等は光導電性を有するゆえに紫外線の照射により抵抗値を低下させようとする試みは良く行なわれているが、実際には単に紫外線照射による抵抗値低下は一時的なものであって例えば、1日放置することにより抵抗値は元の値またはそれに近い値にまで戻る傾向にあった。

本発明者らは上記熱分解型により製造された透明導電膜を空气中でまたは空気との接触を遮断し

ス板、金属板などで透明導電膜表面を覆うだけで十分な効果があるため、大量生産にも十分に対応できる有用な手段と言える。

本発明にかかる抵抗値低下処理をした透明導電膜は処理後もプラスチックフィルム製の袋に保存する程度の簡単な保管条件で抵抗値の増加もなく安定なものである。

#### 作用

金属を含有した有機化合物の熱分解により製造した透明導電膜に、空气中で、または空気との接触を遮断した状態で紫外線を発生するランプで最低1分間以上光を照射することにより、透明導電膜の抵抗値が低下し、かつ、低下した抵抗値が安定に持続するため、物理的手法で作られた透明導電膜と同等の特性の透明導電膜が得られる。

本発明にかかる処理による抵抗値低下の機構としては、熱分解により生じた酸化物超微粒子の表面に強く吸着された酸素原子またはイオンが紫外線を放射するランプの照射による紫外線および熱振動により脱着されるものと推定される。透明導

た状態で紫外線を発生するランプで一定時間以上光を照射することにより、上記透明導電膜の抵抗値が低下し、かつ、低下した抵抗値が安定に持続することを見いだし、本発明に至ったものである。

ここに使用される紫外線を発生するランプとしては通常紫外線の発生に使用されている低圧、中圧、高圧、超高圧水銀灯やキセノンランプ、ハライドランプ等が使用できるが、紫外線のみでなく、可視光線、赤外線も同時に発生するものが好ましい。すなわち、紫外線のための照射では永続的な抵抗値の低下は期待できない。

紫外線を発生するランプによる照射時間は最低でも1分間は必要であって、十分な効果を必要とする場合は3分間以上の照射が好ましい。

上記ランプによる照射時の雰囲気は通常の空気中でも良いが、空気を遮断して照射すると更に良好な結果が得られる。

上記、照射時の空気遮断条件としては特に厳しい条件は不要であって、実施例で示す通り、プラスチックフィルム、紙、ガラス板、セラミック

電膜に吸着された酸素量および、脱着後の酸素含有量は実施例に述べるごとく還元ガス中における熱分析や、ラザフォード後方散乱の測定により実測することができる。

#### 実施例

以下、実施例により説明する。

##### 実施例1

2-エチルヘキサン酸インジウムに6モル%の2-エチルヘキサン酸スズを添加し、石油系溶剤に溶解してインキを製造した。本インキをガラス板上に印刷してのち、530℃で焼成して透明導電膜を製造した。

本透明導電膜に直接、または透明導電膜を有する側のガラス面上に各種材料を載せて30cmの距離より1kw高圧水銀灯で照射した結果を表1に示す。なお、表1中で耐熱性の不十分な材料の場合およびセラミックス、金属板のごとき不透明な材料の場合は透明導電膜の反対側のガラス面より照射した。

続いて、表1においてポリイミドフィルムを介

表 1

| 空気遮断材料         |           | 抵抗値低下率        |       |
|----------------|-----------|---------------|-------|
|                |           | 照射直後          | 240H後 |
| 照射時<br>間<br>5分 | なし        | 450 Ω/□ -85%  | -85%  |
|                | ガラス板      | 240 Ω/□ -92%  | -92%  |
|                | セラミックス板   | 390 Ω/□ -87%  | -87%  |
|                | ポリイミドフィルム | 330 Ω/□ -89%  | -89%  |
|                | PETフィルム   | 300 Ω/□ -90%  | -90%  |
|                | トレース用紙    | 670 Ω/□ -81%  | -81%  |
|                | アルミ板      | 1500 Ω/□ -49% | -49%  |
|                | 鉄板        | 1400 Ω/□ -53% | -53%  |
| なし(照射時間1分)     |           | 450 Ω/□ -85%  | -30%  |
| なし(照射時間3分)     |           | 450 Ω/□ -85%  | -80%  |
| 比較例(スベッパ法)     |           | 300 Ω/□       |       |

して照射したサンプルと、焼成したままのサンプルの2種について還元ガス中の熱重量分析とラザフォード後方散乱の測定を行なった。

この結果、どちらの測定においても照射サンプルにおいてはインジウム1原子当り1.5個の酸素原子が観測されたのに対し、焼成したままのサンプルにおいてはインジウム1原子当り2個の酸素原子が観測された。

この結果より、金属化合物の熱分解時に過剰に吸着された酸素原子が本発明にかかる処理により脱着して化合物本来の抵抗値にまで低下するものと推察される。

#### 実施例2

実施例1において高圧水銀灯に代えて1 Kwのキセノンランプを使用した場合も実施例1と同様の結果が得られた。

(以下 余 白)

#### 発明の効果

以上実施例および比較例から判ることく、本発明にかかる透明導電膜の製造方法は極めて簡単な

方法で熱分解透明導電膜の抵抗値を低下でき、その抵抗値も従来の物理的手法によるものと同等のものであり、産業上の効果は大である。

代理人の氏名 弁理士 中 尾 敏 男 ほか1名